

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-82624

(43)公開日 平成6年(1994)3月25日

| (51)Int.Cl. ⁵ G 0 2 B B 2 9 C | 5/30 55/00 | 識別記号 | 庁内整理番号 9018-2K 7258-4F | FΙ | 技術表示箇所 |
|------------------------------------------------|---------------|-------------|------------------------------|----------|------------------------|
| C 0 8 G | | NPT | 9362-4 J | | |
| | 64/12 | NQA | 9362-4 J | | |
| # B 2 9 K | 69: 00 | | | | |
| | | | | 審査請求 未請求 | 求 請求項の数1(全 9 頁) 最終頁に続く |
| (21)出願番号 | | 特顯平4-260535 | | (71)出願人 | 000183646 |
| | | | | | 出光興産株式会社 |
| (22)出願日 | | 平成4年(1992)9 | 月4日 | | 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号 |
| | | | | (72)発明者 | 宮本 秀幸 |
| | | | | | 千葉県袖ケ浦市上泉1280番地 出光興産株 |
| | | | | | 式会社内 |
| | | | | (72)発明者 | 坂元 秀治 |
| | | | | | 千葉県袖ケ浦市上泉1280番地 出光興産株 |
| | | | | | 式会社内 |
| | | | | (72)発明者 | 森下 浩延 |
| | | | | | 千葉県袖ケ浦市上泉1280番地 出光興産株 |
| | | | | | 式会社内 |
| | | | | (74)代理人 | |
| | | | | | 最終頁に続く |

(54) 【発明の名称 】 位相差補償フィルム

(57)【要約】 (修正有)

【目的】 リターデーション値を適当な範囲に制御しやすく、かつリターデーション値のばらつきを著しく低減することのできるポリカーボネート系位相差補償フィルムを提供する。

【構成】 式 [I] で表される繰り返し単位 [I] 、又は繰り返し単位 [I] と式 [II] で表される繰り返し単位 [II] とを有し、還元粘度 $[\eta_{\mathfrak{sp}}/\mathfrak{c}]$ が 0.5~2.5 d 1/g であるポリカーボネートの延伸フィルム又は延伸シートからなる位相差補償フィルム。

$$(R^{1})_{3} \quad (R^{2})_{5} \quad 0$$

$$(R^{11})_{j} \quad (R^{12})_{k} \quad 0$$

[式中、Xは

を示し、 $R^1 \sim R^3$ 及び $R^5 \sim R^{12}$ はハロゲン原子、アルキル基、シクロアルキル基又はアリール基等、 R^4 は水素原子、アルキル基又はシクロアルキル基、 $a \sim f$ 及び $i \sim k$ は $0 \sim 4$ の整数、g 及びh は $0 \sim 2$ の整数、Z は単結合、-O-、-CO-、-SO-、-SO-、-SO-、-SO-、-SO-、-SO-、-SO-、-SO-、-SO-、-SO-、-SO-、-SO- -SO- -

【特許請求の範囲】

【請求項1】 下記一般式[1]

【化1】

$$(R^1)_a$$
 $(R^2)_b$ 0 独立に $0 \sim 4$ の整数を示し、 X は $(R^2)_b$ 0 $(R^3)_c$ $(R^5)_d$ $(R^6)_e$ $(R^6)_g$ $(R^8)_g$ $(R^8)_g$ $(R^9)_h$

(ただし、式中、R³、R⁵、R⁶、R⁷、R⁸、R⁹及びR 10は各々独立にハロゲン原子、炭素数1~6のアルキル 基又は炭素数1~12の置換若しくは無置換のアリール 基を示し、R4は水素原子、炭素数1~12のアルキル 基又はシクロアルキル基を示し、c、d、e、f及びi は各々独立に0から4の整数を示し、g及びhは各々独 立に0~2の整数を示し、Zは単結合、-O-、-CO -、-S-、-SO-、-SO₂-又は-CH₂-を示 す。) である。] で表される繰り返し単位[I]、又 は、該繰り返し単位[I]と下記一般式[II]

【化3】

[ただし、式中、R¹¹及びR¹²は各々独立に、ハロゲン 原子、炭素数1~6のアルキル基、炭素数5~7のシク ロアルキル基又は炭素数6~12の置換若しくは無置換 のアリール基を示し、i及びkは各々独立に0~4の整 数を示し、Yは単結合、-O-、-CO-、-S-、-SO-、-SO2-、-CR¹³R¹⁴- (式中、R¹³及び R14は各々独立に水素原子、トリフルオロメチル基、炭 素数1~6のアルキル基又は炭素数6~12の置換若し くは無置換のアリール基を示す。)、炭素数5~8のシ クロアルキリデン基又は炭素数2~12のα、ωーアル キレン基を示す。] で表される繰り返し単位 [I I] と を有し、塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/d1 の溶液の20℃における還元粘度 [η sp/c]が0.5~ 40 2. 5 d 1 / g の範囲にあるポリカーボネートの延伸フ ィルム又は延伸シートからなることを特徴とする位相差 補償フィルム。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、位相差補償フィルムに 関し、より詳しく言うと、特に液晶パネル用位相差補償 フィルム等として有用な高性能の光学的位相差補償フィ ルムに関する。

[0002]

* [ただし、式中、R1及びR2は各々独立にハロゲン原 子、炭素数1~6のアルキル基又は炭素数6~12の置 換若しくは無置換のアリール基を示し、a及びbは各々

【従来の技術】ポリカーボネートは、一般に、機械的強 度、耐熱性等に優れ、また、透明性等の光学的性質、寸 法安定性等にも優れていることから、様々な分野で素材 として用いられている。それでもなお、近年の用途の拡 大に伴って、更に性能の優れたものの開発が要求されて いる。

【0003】ポリカーボネートの最も代表的なものとし て、ビスフェノールAとホスゲンとの反応によって得ら れるものがあり、またその他にも多種多様のものが知ら れている。しかしながら、用途によっては、どのような 構造のポリカーボネートが好適に用いられるかという基 本的な点すら明らかにされていないのが現状である。そ こで、その用途開発という点では、それぞれの用途にお いて、より良く適合するポリカーボネートの種類を選定 し、更には、これを用途に見合った性能が発揮できるよ うにすることが必要となる。

【0004】ところで、ポリカーボネートの用途のひと つとして、最近、光学的位相差補償フィルム(シート状 や板状のものもあり、例えば位相差シート、位相差板な ど様々な呼称があるが、本明細書では特にことわらない 限り、これらを含めて光学的位相差補償フィルムと総称 する。) としての用途が注目されている。光学的位相差 補償フィルムとは、複屈折性を有し、直線偏光の入射光 に直角方向に位相差を生じせしめ、透過光を円偏光ない し楕円偏光に変換する機能を有するものであり、例え ば、液晶パネル用等の種々の光学的機器やデバイスに用 いられている。

【0005】光学的位相差補償フィルムをこうした用途 に用いる場合、通常、その特性のひとつであるリターデ ーション値(以下、これをR値と呼ぶ。なお、このR値 は、フィルム又はシートの厚み t とその複屈折 Δnの 積、すなわち、 $R = t \times \Delta n$ 、をn m単位の数値で表し たものとして定義される。)が、135 nm付近、いわ ゆる1/4波長ないしそれ以上、例えば600nm前後 の光路差を生ぜしめる位相差フィルムが適当である。ま た、高性能の位相差フィルムを得るには、延伸フィルム 又は延伸シートの全部位においてR値にばらつきがない 50 ように作製することも重要である。

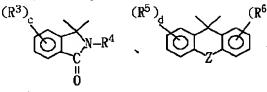
3

【0006】こうした光学的位相差補償フィルムには、従来、酢酸セルロース系のフィルムやシートが用いられてきた。最近になって、寸法安定性、薄肉化の観点から、ポリカーボネート系のフィルムやシートを光学的位相差補償フィルムとして利用することが提案されている(例えば、特開昭63-189804号公報、特開平1-201608号公報を参照)。しかしながら、これら従来の材料からなる延伸フィルムやシートにおいては、一般に、延伸されたフィルムやシートの部位により、例えば、中央部と両端部とで光学的な性質の差が大きく、このため、延伸フィルム又はシートの中央部からしか製品としての位相差補償フィルムを取り出せないという問題があった。

【0007】また、ポリカーボネート系のフィルムやシートを光学的位相差補償フィルムとして用いるに際して、特に、均一なR値を得ることを目標として、ポリカーボネート材料、その延伸方法及び延伸条件等も検討されている(例えば、特開平4-84107号公報参照)。しかしながら、従来の技術では、十分に満足できる均一なR値を実現させるに致っておらず、特に、光学 20的に直交ニコル下でのR値のばらつきの無い、すなわち、色むらの無い、より高性能の位相差補償フィルムの開発が求められているのが現状である。

[0008]

【発明が解決しようとする課題】本発明は、前記事情に 基づいてなされたものである。本発明の目的は、前記問*



(ただし、式中、 R^3 、 R^6 、 R^1 、 R^1 、 R^8 、 R^9 及び R^{10} は各々独立にハロゲン原子、炭素数 $1\sim 6$ のアルキル基又は炭素数 $1\sim 1$ 2 の置換若しくは無置換のアリール基を示し、 R^4 は水素原子、炭素数 $1\sim 1$ 2 のアルキル基又はシクロアルキル基を示し、C、C0、C1 は各々独立に C1 の整数を示し、C2 の整数を示し、C3 及び C4 は各々独立に C5 のを数を示し、C6 とび C6 に C7 に C8 である。〕で表される繰り返し単位 C8 に C9 に C

[0013]

【化6】

[ただし、式中、R¹¹及びR¹¹は各々独立に、ハロゲン 原子、炭素数 $1 \sim 6$ のアルキル基、炭素数 $5 \sim 7$ のシク ロアルキル基又は炭素数 $6 \sim 1$ 2の置換若しくは無置換 50

*題点を解決し、R値を適当な範囲に制御しやすい上に、 R値のばらつきを著しく低減することができるなどの利 点を有し、液晶パネル用位相差補償フィルム等として好 適に利用できる高性能のポリカーボネート系光学的位相 差補償フィルムを提供することにある。

[0009]

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記目的を達成すべく鋭意研究を重ねた結果、特定の一般式で表される繰り返し単位を有するポリカーボネートからなる素材を延伸してなるフィルム又はシートを用いることによって前記目的を満足する高性能の光学的位相差補償フィルムが実現できることを見出した。本発明者らは、上記知見に基づいて本発明を完成するに致った。

【0010】すなわち、本発明は、下記―般式 [I] 【0011】

【化4】

[ただし、式中、 R^1 及び R^2 は各々独立にハロゲン原子、炭素数 $1\sim6$ のアルキル基又は炭素数 $6\sim1$ 2の置換若しくは無置換のアリール基を示し、a及びbは各々独立に $0\sim4$ の整数を示し、Xは

[0012]

【化5】

$$Zit(R^7) \longrightarrow (R^8)_g (R^9)_h$$

のアリール基を示し、j及びkは各々独立に $0\sim4$ の整数を示し、Yは単結合、-O-、-CO-、-S-、-SO-、-SO2-、 $-CR^{13}R^{14}-$ (式中、 R^{13} 及び R^{14} は各々独立に水素原子、トリフルオロメチル基、炭素数 $1\sim6$ のアルキル基又は炭素数 $6\sim1$ 2の置換若しくは無置換のアリール基を示す。)、炭素数 $5\sim8$ のシクロアルキリデン基又は炭素数 $2\sim1$ 2の α 、 $\omega-$ アルキレン基を示す。]で表される繰り返し単位 [II] とを有し、塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/d1の溶液の20 における還元粘度 $[\eta_{5p}/c]$ が $0.5\sim2.5$ d1/gの範囲にあるポリカーボネートの延伸フィルム又は延伸シートからなることを特徴とする位相差補償フィルムを提供するものである。

【0014】本発明の位相差補償フィルムには、上記ポリカーボネートからなる延伸されたフィルム又はシートが使用されるが、該ポリカーボネートとしては、前記一般式 [I] で表される繰り返し単位 [I] からなるポリカーボネート及び前記繰り返し単位 [I] と前記一般式 [II] で表される繰り返し単位 [II] とからなるポ





・リカーボネートのうちの少なくとも一種を使用することが重要である。このポリカーボネートとしては、前記繰り返し単位 [1] のうちの1種又は2種以上のみからなる各種のポリカーボネート単独重合体や共重合体、繰り返し単位 [1] の1種又は2種以上と繰り返し単位 [1] の1種又は2種以上とからなる各種のポリカーボネート共重合体を用いることができる。また、本発明の時成を阻害しない範囲で、更に他の繰り返し単位を含有していてもよい。特に、繰り返し単位 [1] と繰り返し単位 [1] と繰り返し単位 [1] と繰り返し単位 [1] と繰り返し単位 [1] の合計含量に対する繰り返し単位 [1] の含有割合が、1モル%以上の範囲にあるものが好ましい。

【0015】なお、これらのポリカーボネートは1種単独で使用してもよく、あるいは、必要に応じて、2種以上を混合物等として併用することもできる。また、これらポリカーボネートを延伸する場合に、必要に応じて適宜、他のポリマー成分や添加剤等の所望の成分を添加して組成物として用いることもできる。

【0016】一般式 [I] において、R¹、R²、R³、R⁵、R⁶、R⁷、R⁸、R⁹及びR¹⁰は各々独立にハロゲン原子、炭素数1~6のアルキル基又は炭素数1~12の置換若しくは無置換のアリール基を示す。

【0017】置換基 R^1 、 R^2 、 R^3 、 R^5 、 R^6 、 R^7 、 R^8 、 R^9 及び R^{10} の具体例としては、次のようなものを例示することができる。

【0018】ハロゲン原子としては、フッ素原子、塩素 原子、臭素原子及びョウ素原子を挙げることができ、ア ルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、n-プロピル基、イソロピル基、n-ブチル基、sec-ブ チル基、tertーブチル基、イソブチル基、nーペン チル基、イソペンチル基、sec-ペンチル基、ter t ーペンチル基、ネオペンチル基、n-ヘキシル基、イ ソヘキシル基、sec-ヘキシル基、tert-ヘキシ ル基、ネオヘキシル基、シクロペンチルメチル基等を挙 げることができ、置換若しくは無置換のアリール基とし ては、例えば、フェニル基、メチルフェニル基、エチル フェニル基、プロピルフェニル基、ブチルフェニル基、 ジメチルフェニル基、トリメチルフェニル基、シクロへ キシルフェニル基、p-ビフェニリル基、m-ビフェニ 40 リル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、メチルナフ チル基、ジメチルナフチル基、エチルナフチル基等を挙 げることができる。

【0019】一般式 [I] において、R⁴は水素原子、 炭素数1~12のアルキル基又はシクロアルキル基を示 す。アルキル基の具体例としては、上記例示のものに加 えてオクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、 ドデシル基等を挙げることができ、シクロアルキル基と しては炭素数4~8のものが好ましく、特にシクロへキ シル基が好ましい。

【0020】一般式 [11] において、R¹¹及びR¹²は各々独立に、ハロゲン原子、炭素数1~6のアルキル基、炭素数5~7のシクロアルキル基又は炭素数6~12の置換若しくは無置換のアリール基を示し、ハロゲン原子、炭素数1~6のアルキル基、炭素数6~12のアリール基の具体例としては、上記一般式 [1] の説明において例示したものを挙げることができる。炭素数5~7のシクロアルキルとしては、シクロヘキシル基が好適10に好ましい。

【 $0\ 0\ 2\ 1$ 】一般式 [I I] において、Yは単結合、-O-、-CO-、-S-、-SO-、-SO2-、-C $R^{13}R^{14}-$ 、炭素数 $5\sim8$ のシクロアルキリデン基又は 炭素数 $2\sim1\ 2$ の α 、 ω -アルキレン基を示す。

【0022】ここで、-CR¹³R¹⁴-中のR¹³及びR¹⁴は、各々独立に水素原子、トリフルオロメチル基、炭素数1~6のアルキル基又は炭素数6~12の置換若しくは無置換のアリール基を示すが、アルキル基、アリール基の例としては、前記例示のものを挙げることができる。

【0023】Yとしてのシクロアルキリデン基としては、1, 1-シクロペンチリデン基、<math>1, 1-シクロペンチリデン基、<math>1, 1-シクロペプチリデン基がある。これらの中でも、<math>1, 1-シクロペキシリデン基が好ましい。

【0024】Yとしての炭素数2~12のα, ω-アルキレン基としては、ジメチレン基からデカメチレン基に 至る各種のポリメチレン基を挙げることができる。

【0025】これら各種の繰り返し単位 [1] 及び繰り返し単位 [II] は、それぞれに対応する構造を有するモノマーから形成することができ、例えば、対応する構造を有するビスフェノール類(二価フェノール類)とホスゲンを反応させることによって形成することができる。そこで、これら各種の繰り返し単位 [I] 及び繰り返し単位 [II] の具体例を直接示す代りに、それらに対応するビスフェノール類の具体例を以下に挙げる。

【0026】繰り返し単位 [I] を形成するビスフェノール類は、下記一般式 [III]

[0027]

【化7】

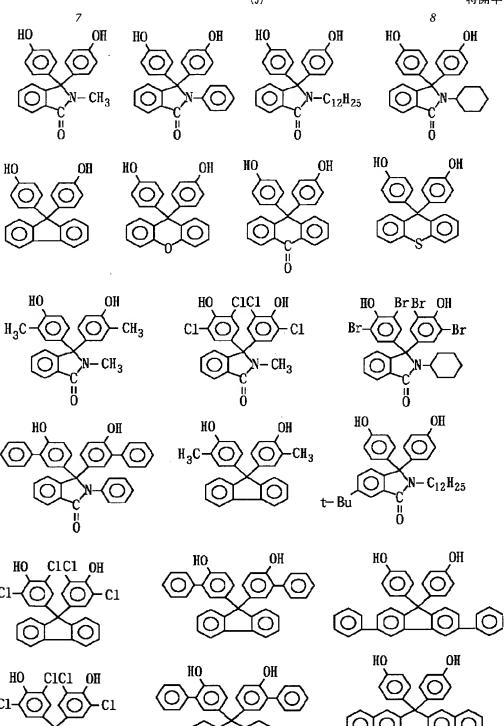
$$(R^1)_a$$
 $(R^2)_b$
 $HO \longrightarrow X \longrightarrow OH$ [III]

(式中、 R^1 、 R^2 、a、b 及びX は、上記と同じ意味を有する。)で表され、その具体例としては、例えば、下記のものが挙げられる。

[0028]

【化8】





繰り返し単位 $\begin{bmatrix} I & I \end{bmatrix}$ を形成するビスフェノール類は、下記一般式 $\begin{bmatrix} I & V \end{bmatrix}$

[0029]

【化9】

(式中、R¹¹、R¹²、j、k及びYは、上記と同じ意味を有する。)で表され、その具体例としては、例えば、ビス(4ーヒドロキシフェニル)メタン、1,1ービス(4ーヒドロキシフェニル)エタン、1,2ービス(4ーヒドロキシフェニル)プロパン、2,2ービス(3ーメチルー4ーヒドロキシフェニル)ブタン、2,2ービス(4ーヒドロキシフェニル)ブタン、2,2ービス(4ーヒドロキシフェニル)ブタン、2,2ービス(4ーヒドロキシフェニル)ブタン、2,2ービス(4





ーヒドロキシフェニル)オクタン、4,4ービス(4-ヒドロキシフェニル) ヘプタン、4,4'ージヒドロキ シテトラフェニルメタン、1、1-ビス(4-ヒドロキ シフェニル) -1-フェニルエタン、1,1-ビス(4 ーヒドロキシフェニル) -1-フェニルメタン、ビス (4-ヒドロキシフェニル) エーテル、ビス (4-ヒド ロキシフェニル)スルフィド、ビス(4-ヒドロキシフ ェニル) スルホン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェ ニル)シクロペンタン、1、1-ビス(4-ヒドロキシ フェニル) シクロヘキサン、2, 2-ビス (3-メチル 10 -4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2-(3-メチ ルー4ーヒドロキシフェニル) -2- (4ーヒドロキシ フェニル) -1-フェニルエタン、ビス(3-メチルー 4-ヒドロキシフェニル)スルフィド、ビス(3-メチ ルー4ーヒドロキシフェニル)スルホン、ビス(3ーメ チルー4ーヒドロキシフェニル) メタン、1,1ービス (3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサ ン、2、2-ビス(2-メチル-4-ヒドロキシフェニ ル)プロパン、1、1-ビス(2-ブチル-4-ヒドロ キシ-5-メチルフェニル)ブタン、1,1-ビス(2) -tert-ブチル-4-ヒドロキシ-3-メチルフェ ニル) エタン、1, 1-ビス (2-tert-ブチルー 4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル)プロパン、1, 1-ビス(2-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5 -メチルフェニル) ブタン、1, 1-ビス (2-ter t-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) イ ソブタン、1, 1-ビス(2-tert-ブチル-4-ヒドロキシー5ーメチルフェニル)へプタン、1,1-ビス(2-tertーブチルー4-ヒドロキシー5-メ チルフェニル) -1-フェニルメタン、1,1-ビス (2-tert-アミル-4-ヒドロキシ-5-メチル フェニル) ブタン、ビス (3-クロロー4-ヒドロキシ フェニル) メタン、ビス(3,5-ジプロモー4-ヒド ロキシフェニル) メタン、2, 2-ビス(3-クロロー 4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2,2-ビス(3 -フルオロ-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(3-ブロモ-4-ヒドロキシフェニル)プロ パン、2, 2-ビス(3, 5-ジフルオロー4-ヒドロ キシフェニル)プロパン、2,2-ビス(3,5-ジク ロロー4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2,2-ビ 40 ス(3,5-ジブロモー4-ヒドロキシフェニル)プロ パン、2,2-ビス(3-ブロモ-4-ヒドロキシ-5 ークロロフェニル)プロパン、2,2-ビス(3,5-ジクロロー4ーヒドロキシフェニル)ブタン、2,2-ビス(3,5-ジブロモー4-ヒドロキシフェニル)ブ タン、1-フェニル-1, 1-ビス(3-フルオロ-4 ーヒドロキシフェニル) エタン、ビス (3-フルオロー 4-ヒドロキシフェニル) エーテル、3、3′-ジフル オロー4, 4′ ージヒドロキシビフェニル、1, 1ービ ス(3-シクロヘキシル-4-ヒドロキシフェニル)シ 50 10 クロヘキサン、2, 2ービス(4ーヒドロキシフェニル)へキサフルオロプロパン、1, 1ービス(4ーヒドロキシフェニル)ー1ーフェニルー2, 2, 2ートリフルオロエタン、2, 2ービス(3ーフェニルー4ーヒドロキシフェニル)プロパン、1, 1ービス(3ーフェニルー4ーヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、ビス(3ーフェニルー4ーヒドロキシフェニル)スルホン、4, 4'ージヒドロキシベンゾフェノノン、ビス(4ーヒドロキシフェニル)スルホキシド、4, 4'ージヒドロキシビフェニル、4, 4'ージヒドロキシー3, 3'ージメチルビフェニル、4, 4'ージヒドロキシー2, 2'ージメチルビフェニル、4, 4'ージヒドロキシー3, 3'ージシクロヘキシルビフェニル等が挙げられ

【0030】これら一般式 [IV] で表されるビスフェノール類の中でも、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、4, 4-ジヒドロキシテトラフェニルメタン、1-フェニルー1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)スルホン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン、2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン、4, 4-ジヒドロキシビフェニル、2, 2-ビス(3-フェニル-4-ヒドロキシフェニル)プロパン等が好適である。

【0031】本発明に用いられるポリカーボネートとしては、直鎖状のもの、分岐状のもの、あるいは分岐構造を有するもの、環状のものあるいは環状構造を有するもの、更には、ポリカーボネート末端に特殊な構造が導入されているものなど種々の分子構造を有するものが適用可能である。

【0032】本発明に用いられるポリカーボネートは、塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/dlの溶液の20℃における還元粘度 [η; p/c]が0.5~2.5dl/gの範囲にある。還元粘度が0.5dl/g未満であるとフィルム又はシートの強度が低下し、2.5dl/gを超えると成形等が困難になることがある。

【0033】また、これらのポリカーボネートの製造方法としては特に制限はなく、例えば、前記例示の各種のビスフェノール類をモノマーとして用いてアルカリ金属化合物やピリジン等の酸受容体の存在下で(必要に応じて適当な溶媒中で)ホスゲンガスと反応させるホスゲン法(界面重縮合法、ピリジン法等)、あるいはクロロホルメート法、エステル交換法等、公知の重合方法等の各種の方法で製造されたものが適用可能である。なお、このホスゲン法の場合、原料のビスフェノール類とホスゲンを一度に反応させて所望のポリカーボネートとしてもよいし、あるいは、予め反応原料のビスフェノール類の一部とホスゲンとを反応させて分子末端にクロロホルメート基を有するオリゴマーを生成せしめ、次いで残りの反応原料を添加して重縮合を完結させ所望のポリカーボ

30



1.

· ネートを得るという2段階法などを用いてもよい。

【0034】本発明の位相差補償フィルムは、前記繰り返し単位 [I] 又は繰り返し単位 [I] と繰り返し単位 [II] と繰り返し単位 [II] からなるポリカーボネートのうちの少なくとも 1種からなる素材を成形・延伸してなるフィルムやシートを用いることによって構成される。その際、該ポリカーボネートは、単独であるいは任意の割合の混合物として使用することができるし、更には必要に応じて、他のポリマーとの混合物など、他の成分との混合物としても利用することができる。

【0035】上記ポリカーボネートのフィルム又はシートへの成形は、公知の各種の製膜方法によって行うことができ、例えば、溶媒キャスト法、押し出し法、カレンダー法などによって好適に実施することができる。なお、この成形と同時にあるいは連続して延伸を行い、所望の延伸フィルム又はシートとしてもよい。また、こうして成形されたフィルム又はシートを延伸して用いてもよい。いずれにしても、この延伸は、延伸ロールを用いる方法等、公知の延伸、又は公知の成形延伸方法等の各種の方法によって行うことができる。

【0036】延伸時の温度は、ポリカーボネートのガラス転移温度より幾分高い温度が適当である。

【0037】このフィルム又はシートの延伸は、通常、1軸方向への延伸を行えばよく、その1軸方向への延伸倍率(元の長さに対する延伸分長さの百分率)としては、通常、 $1\sim10\%$ 、好ましくは $3\sim5\%$ の範囲が好適である。この延伸は一段で行ってもよく、また、多段で延伸してもよい。

【0038】こうして得られる延伸フィルム又はシートの厚みとしては、使用したポリカーボネートの特性(特に複屈折などの光学的特性)や延伸の程度等によって最適値が異なるので一律に定めることはできないが、通常、 $50\sim300\mu$ m程度とすることが好ましい。すなわち、延伸フィルム又はシートの複屈折 Δ nを考慮し、その厚み t を適宜選定することによって所望のR値を有する位相差補償フィルムを容易に製造することができる。

【0039】以上のようにして得られる本発明の位相差補償フィルムは、特にR値のばらつきが少なく(例えば、このばらつきは、通常、3%以内、更には2%以内 40という著しく小さい範囲に容易に納めることができる。)、高性能の光学的位相差補償フィルムであり、液晶パネル用をはじめとする各種の用途に有利に利用することができる。

[0040]

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいて詳細に説明 するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0041】実施例1

原料モノマーとして下記構造

[0042]

【化10】

12

のビスフェノール化合物 1 5. 4 g (0.051モル) 10 及び 2,2 ービス (4 ーヒドロキシフェニル)プロパン 4 2.6 g (0.205モル)、濃度 8 %の水酸化ナト リウム水溶液 5 5 0 m 1、塩化メチレン 4 0 0 m 1、末端停止剤 (分子量調節剤)として p ー t e r t ーブチル フェノール 0.15 g 及び触媒として 10%トリエチル アミン水溶液 3 m 1を邪魔板付き反応器内に導入し、反 応液の温度を 10℃付近に保持しながら激しく攪拌しつ つ、ホスゲンガスを 100 m 1 / 分の割合で 15分間吹き込んで重縮合反応を行った。

【0043】反応終了後、有機層に塩化メチレン 1 リットルを加えて希釈し、水、希塩酸、水の順に洗浄した後、メタノール中に投入してポリカーボネートを得た。【0044】このようにして得られたポリカーボネートは、塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5 g / d 1 の溶液の 20 ℃における還元粘度 $[\eta_{\mathfrak{s}\mathfrak{p}}/\mathfrak{c}]$ が 0.78 d 1 / g であった。 1 H - NMR $<math>\mathcal{R}$ \mathcal{R} $\mathcal{$

[0045]

【化11】

$$\begin{array}{c|c}
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 & 0 \\
 & 0 & 0 &$$

上記のポリカーボネートを押し出しによって厚さ120 μm、幅500mmの透明フィルムとし、このフィルムを160℃で一軸で5%延伸し、厚さ100μmの均一な位相差補償フィルムを得た。得られた位相差補償フィルムを幅400mm長さ1mに切断し、縦横各々50mm間隔で8×20=160箇所で複屈折を偏光顕微鏡に取付けたセナルモンコンペンセーターを用いて測定し、R値を算出した。光源としてはハロゲンランプを用いた。測定結果は表1に示した。また、このフィルムは直



・ 交ニコル下で均一な色調を示した。

【0046】実施例2 モノマーとして下記構造

[0047]

【化12】

13

のビスフェノール化合物 20.0g(0.051 モル)及び 1,1 ービス(4 ーヒドロキシフェニル)シクロへキサン 54.9g(0.205 モル)を用いた以外は実施例 1 と同様にしてポリカーボネートを得た。

【0048】このようにして得られたポリカーボネートは、塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/d1の溶液の20℃における還元粘度 [$\eta_{\mathfrak{sp}}/\mathfrak{c}$]が0.81d1/gであった。 ${}^{1}H-NMR$ スペクトル分析により、得られたポリカーボネートは下記の繰り返し単位 [Ib]及び [IIb] を下記モル比で有するポリカーボネートであることが確認された。

[0049]

【化13】

このポリカーボネートを用いて、実施例1と同様にして 位相差補償フィルムを作製し、R値の測定を行った。測 定結果は表1に示したようになった。また、このフィル ムは直交ニコル下で均一な色調を示した。

【0050】実施例3

モノマーとして下記構造

[0051]

【化14】

のビスフェノール化合物 2 0. 0 g (0. 0 5 1 モル) 及び 4, 4′ージヒドロキシテトラフェニルメタン 7 2. 2 g (0. 2 0 5 モル)を用いた以外は実施例 1 と 同様にしてポリカーボネートを得た。

14

【0052】このようにして得られたポリカーボネートは、塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/d1の溶液の20℃における還元粘度 $[\eta_{\mathfrak{s}\mathfrak{p}}/\mathfrak{c}]$ が0.82d1 /gであった。 ${}^{1}H-NMR$ スペクトル分析により、得られたポリカーボネートは下記の繰り返し単位 $[I\mathfrak{c}]$ 及び $[II\mathfrak{c}]$ を下記モル比で有するポリカーボネートであることが確認された。

[0053]

【化15】

このポリカーボネートを用いて、実施例1と同様にして 位相差補償フィルムを作製し、R値の測定を行った。測 定結果は表1に示したようになった。また、このフィル ムは直交ニコル下で均一な色調を示した。

【0054】比較例1

30 市販のポリマーである 2 、 2 ービス(4 ーヒドロキシフェニル)プロパンとホスゲンとの反応(末端停止剤は p ー t e r t ーブチルフェノール)によって製造された下記の繰り返し単位 [I I a] からなるポリカーボネート($[\eta_{\mathfrak{sp}}/\mathfrak{c}]=0$. 7 6 d 1 / g)を用いて、実施例 1と同様にして位相差補償フィルムの作製を試み、得られたフィルムについて実施例 1と同様にして R 値の測定を行った。測定結果は表 1 に示したようになった。このフィルムは直交ニコル下で顕著な色調のムラを示した。

[0055]

【化16】

[0056]

【表1】

40



| | R値 (nm) | R値のパラツキ (nm) | 同 パラツキ (%) |
|------|---------|--------------|------------|
| 実施例1 | 298 | 6. 0 | 2. 0 |
| 実施例2 | 386 | 8. 5 | 2. 2 |
| 実施例3 | 420 | 7. 1 | 1. 7 |
| 比較例1 | 290 | 2 4 7 | 85.2 |
| | | | |

[0057]

【発明の効果】本発明によると、特定の構造のポリカー 10 することができる。 ボネートからなる延伸フィルム又は延伸シートを用いて いるので、R値を適当な範囲に制御しやすい上に、R値 のばらつきを例えば3%以内、更には2%以内という著 しく低い範囲に容易に低減することができ、したがっ て、液晶パネル用位相差補償フィルム等として好適にか

つ有利に利用できる高性能の位相差補償フィルムを提供することができる。

16

【0058】また、本発明によると、同一フィルム内の みならず各種製品間においてもR値のばらつき等品質の むらを著しく低減することができるので、製品の歩留り 及び生産性をも著しく改善することができる。

フロントページの続き

(51) Int. CI. 5

識別記号

庁内整理番号

FΙ

技術表示箇所

B 2 9 L 7:00

4F

(72) 発明者 長尾 知浩

千葉県袖ケ浦市上泉1280番地 出光興産株 式会社内